

ИЗВЕСТИЯ
ТОМСКОГО ОРДЕНА ОКТЯБРЬСКОЙ РЕВОЛЮЦИИ
И ОРДЕНА ТРУДОВОГО КРАСНОГО ЗНАМЕНИ
ПОЛИТЕХНИЧЕСКОГО ИНСТИТУТА имени С. М. КИРОВА

Том 233

1974

СИНТЕЗ НЕКОТОРЫХ N, N-МЕТИЛАЦИЛПРОИЗВОДНЫХ 4-АМИНОАНТИПИРИНА

Е. В. ШМИДТ, Г. М. СТЕПНОВА, Н. С. ГРИГОРЕВСКАЯ

(Представлена научно-методическим семинаром ХТФ)

Для получения ацилпроизводных 4-аминоантипирина нами ранее использовалась реакция взаимодействия 4-аминоантипирина со свободными карбоновыми кислотами в присутствии трихлорида фосфора в среде индифферентного растворителя [1—3]. В настоящей работе изложены результаты применения этой реакции для введения ацильных остатков во вторичный амин пиразолонового ряда — 4-N-метиламиноантипирин. По литературным сведениям, для этой цели употреблялись обычно труднодоступные и дорогие хлорангидриды карбоновых кислот [4—6].

Экспериментальная часть

0,1 г моля 4-метиламиноантипирина и 0,1 г моля карбоновой кислоты помещают в реакционную колбу, снабженную мешалкой, обратным холодильником и капельной воронкой. Приливают 40 мл обезвоженного бензола. Нагревают при перемешивании до 60—70° и прибавляют по каплям в течение 10 минут 2,5 мл треххлористого фосфора, растворенного в 10 мл бензола. Кипятят в течение 3 часов. Отгоняют бензол, реакционную массу обрабатывают 10%-ным раствором карбоната натрия, фильтруют, промывают водой и эфиром, перекристаллизовывают из спирта. Определяют выход ацилпроизводного. Выходы и характеристика полученных N, N-метилацилпроизводных 4-аминоантипирина приведены в табл. 1.

Таблица 1

Название ацила	Выход в %	Т. пл. °С	Найдено в % азота	Брутто-формула	Вычислено в % азота
3,5-динитро-бензоил	79	215—216	17,11	C ₁₉ H ₁₇ O ₆ N ₅	17,03
2,5-динитро-бензоил	70,5	177—178	16,96	C ₁₉ H ₁₇ O ₆ N ₅	17,03
3-метокси-бензоил	75,8	168—169	12,40	C ₂₀ H ₂₁ O ₃ N ₃	11,97
3-фторбензоил	81,5	148—149	12,13	C ₁₉ H ₁₈ O ₂ N ₃ F	12,38
Капроноил	73,5	82—83	13,83	C ₁₈ H ₂₅ O ₂ N ₃	13,33
Стеароил	83	79—81	9,01	C ₃₀ H ₄₉ O ₂ N ₃	8,69

Выводы

1. Применен способ введения ацильного радикала во вторичный амин пиразолонового ряда при помощи свободных карбоновых кислот в присутствии трихлорида фосфора.

2. Синтезировано 6 не описанных в литературе N, N-метилацилпроизводных 4-аминоантипирина.

ЛИТЕРАТУРА

1. Г. М. Степнова, Е. В. Шмидт. Изв. вузов СССР, Химия и химическая технol., 8, 3, 520, 1965.
 2. Г. М. Степнова, Е. В. Шмидт. Журн. ВХО им. Д. И. Менделеева, 10, 3, 358, 1965.
 3. Г. М. Степнова, Е. В. Шмидт, Н. Ф. Матвеева. Известия ТПИ, 151, 76, 1966.
 4. W. Chiti, Farmaco Ed. Scient, 15, 10, 679, 1960.
 5. T. Takahashi, J. Maki, и др. J. Pharm. Soc. Japan, 79, 2, 167, 1959; РЖХ 42725, 1960.
 6. Л. А. Шаброва, Г. М. Степнова. Журн. ВХО им. Менделеева 9 (2), 240, 1964.
-